Über die Messung der inneren Reibung von Metallen

Ein Beitrag zur Methodik

Von der Technischen Hochschule zu Breslau zur Erlangung
der Würde eines Doktor-Ingenieurs genehmigte

Dissertation

Vorgelegt von
Dipl.-Ing. August Rademacher
aus Duisburg

Referent:
Prof. Dr. F. Sauerwald

Korreferent:
Prof. Dr. F. Simon

Tag der mündlichen Prüfung: 22. Juli 1933

Die Arbeit wurde in Heft 5 (Band 3) der „Mitteilungen aus den Forschungsanstalten des Gutehoffnungshütte-Konzerns“ durch die Konzernstelle Oberhausen (Rhld) der Gutehoffnungshütte im Oktober 1934 veröffentlicht und dem VDI-Verlag, Berlin NW 7, in Kommission gegeben.

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

Über die Messung der inneren Reibung von Metallen.

Ein Beitrag zur Methodik.

I. Einleitung.

Auf den großen Einfluß, den die Viskosität des Roheisens für den Verlauf des Thomasprozesses hat, wies O. Holz[1]) schon 1920 hin. Nicht nur bei den Verblaseprozessen ist die innere Reibung von einschneidender Bedeutung, sondern überall auch da, wo im flüssigen Eisen bzw. in einer Flüssigkeit ein Transport von Materie erfolgt. Diese Erkenntnisse ließen schon früh den Wunsch aufkommen, diese wichtige physikalische Eigenschaft auch bei Eisen und anderen hochschmelzenden Metallen exakt zu messen. Wenn dieser Wunsch trotz wertvoller Ansätze[2])[3])[4]) bis jetzt noch nicht allgemein befriedigend erfüllt werden konnte, so liegt es an den sehr großen Schwierigkeiten, die sich derartigen Messungen entgegenstellen. Bei den in Frage kommenden Temperaturen sind meist nur Relativmessungen ausgeführt. Solche Messungen können durchaus ihren Zweck erfüllen, es muß allerdings verlangt werden, daß die zugrunde liegenden Absolutwerte und die Anwendbarkeit der zur Auswertung benutzten Formeln nachgeprüft und für richtig befunden werden. In dieser Beziehung ist noch sehr viel Arbeit zu leisten, denn eine in jeder Beziehung befriedigende Erfüllung der genannten beiden Forderungen liegt für Apparaturen, die in dem fraglichen Temperaturgebiet arbeiten sollen, noch nicht vor. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich also damit, gewisse Fragen der Anwendbarkeit bzw. Vereinfachung der experimentellen Methoden zu klären. Die Einrichtungen wurden im Hinblick für ihre Verwendung bei höheren Temperaturen geschaffen, jedoch zunächst vorwiegend bei Raumtemperatur auf ihr einwandfreies Arbeiten hin untersucht.

[1]) usw. bezieht sich auf das Literaturverzeichnis am Schluß dieser Arbeit.

II. Begriff der inneren Reibung.

Die innere Reibung stellt eine Kraft dar, welche die Ursache der allmählichen Beruhigung einer bewegten Flüssigkeit ist. Sie ist definiert durch den inneren Reibungskoeffizienten η. η ist die pro Flächeneinheit erforderliche Kraft, die eine Geschwindigkeitsdifferenz $= 1$ zwischen 2 parallelen Ebenen, die um die Längeneinheit voneinander entfernt sind, in der Flüssigkeit erhält. Die mathematische Formulierung, die schon Newton aufgestellt hat, lautet:

$$F = \eta \, A \, \frac{dv}{dz} \left(\frac{g}{cm \; sek} \right)$$

F = die zur Unterhaltung der Strömung erforderliche Kraft

η = Viskositätskoeffizient

A = Berührungsfläche zweier Flüssigkeitsschichten

$\frac{dv}{dz}$ = Geschwindigkeitsgefälle senkrecht zur Flüssigkeitsschicht.

III. Die Versuche nach der Schwingungsmethode.

1. Die theoretischen Grundlagen für die Schwingungsmethode.

Das Schwingungsverfahren beruht bekanntlich auf der Ermittlung des logarithmischen Dekrementes, dem Verhältnis zweier aufeinander folgender Amplituden einer gedämpften Schwingung. Eine in die zu untersuchende Flüssigkeit tauchende Scheibe (Kugel, Zylinder) führt um eine durch ihren Mittelpunkt gehende, auf ihr vertikal stehende Achse sehr langsame Torsionsschwingungen aus, die unter dem Einfluß der Flüssigkeitsreibung eine Dämpfung erfahren, deren Maß eben das logarithmische Dekrement ist. Aus den Apparaturkonstanten (Trägheitsmoment, Scheibenradius, Scheibendicke), der Dichte der Flüssigkeit und obigem logarithmischen Dekrement ist es nach der von O. E. Meyer[5]) theoretisch entwickelten und von K. Mützel[6]) empirisch bestätigten Gleichung möglich, die innere Reibung der betreffenden Flüssigkeit zu ermitteln. Von vornherein verzichteten wir jedoch auf eine derartige Absolutbestimmung von η und beschränkten uns lediglich auf Relativmessungen unter Zugrundelegung einer Apparatur, die mit Flüssigkeiten geeicht ist, deren innere Reibungswerte bekannt sind. Durch weitere Messungen an flüssigen Metallen mit bekannter innerer Reibung sollte dann zum erstenmal über die Brauchbarkeit der Methode entschieden werden, wozu die bisherigen Arbeiten von Fawsitt[2]) und Oberhoffer[3]) noch keinen Beitrag geliefert haben. Nach der obengenannten Theorie ist das logarithmische Dekrement λ bei sehr langsamen Schwingungen dem Wert $\sqrt{\eta\,\rho}$ (η = innere Reibung der untersuchten Flüssigkeit, ρ = deren Dichte) proportional. Das nur durch die Flüssigkeitsreibung bedingte λ läßt sich demnach als Reihe von der Form entwickeln:

$$\lambda = c_1 \cdot \sqrt{\eta\,\rho} + c_2 \cdot \eta\,\rho + c_3 \cdot (\eta\,\rho)^{3/2} + \cdots.$$

Wenn es statthaft ist, obige Gleichung nach dem Beispiel von Fawsitt und Oberhoffer schon nach dem dritten Gliede abzubrechen, so hätte man die Konstanten c_1, c_2, c_3 durch Ermittlung des logarithmischen Dekrements von 3 Flüssigkeiten zu bestimmen, deren η- und ρ-Werte bekannt sind. Bezeichnen wir mit Index 1, 2, 3 die entsprechenden Eichflüssigkeiten, so erhalten wir die Gleichungen:

$$\lambda_1 = c_1 \cdot \sqrt{\eta_1\,\rho_1} + c_2 \cdot \eta_1\,\rho_1 + c_3 \cdot (\eta_1\,\rho_1)^{3/2}$$

$$\lambda_2 = c_1 \cdot \sqrt{\eta_2\,\rho_2} + c_2 \cdot \eta_2\,\rho_2 + c_3 \cdot (\eta_2\,\rho_2)^{3/2}$$

$$\lambda_3 = c_1 \cdot \sqrt{\eta_3\,\rho_3} + c_2 \cdot \eta_3\,\rho_3 + c_3 \cdot (\eta_3\,\rho_3)^{3/2}$$

In diesen 3 Gleichungen sind uns nur c_1, c_2, c_3 unbekannt, ihre Ermittlung also ohne weiteres gegeben. Es ist zweckmäßig, als Eichflüssigkeiten nur solche zu wählen, deren Eigenschaften denen der zu untersuchenden weitestgehend ähnlich sind. In unserem Falle kämen als Eichsubstanzen nur Metalle in Frage. Als Kontrolle für die Richtigkeit obiger Gleichungen wäre mit den so ermittelten Konstanten von weiteren Flüssigkeiten die schon bekannte innere Reibung neu zu bestimmen. Durch entsprechende Wahl dieser weiteren Schmelzen wäre es ferner möglich, über den Temperaturbereich etwas auszusagen, in dem obige Konstanten ihre Gültigkeit besitzen.

2. Die Anforderungen an die Schwingungsapparatur.

Bei der konstruktiven Durchbildung der Apparatur mußten folgende Gesichtspunkte beachtet werden:

a) Das Metall mußte sicher und gleichmäßig zu schmelzen sein. Zwecks Vermeidung von Oxydation mußte das Schmelzen im Vakuum bzw. in neutraler Atmosphäre erfolgen. Gleichzeitig war auch auf eine genügende Zentrierung des Schmelztiegels zu achten und auf die Möglichkeit einer guten Temperaturmessung.

b) Das Schwingungssystem mußte infolge des Arbeitens im Vakuum heb- und senkbar angeordnet sein, ohne es zu verdrehen. Sein Schwerpunkt mußte möglichst tief verlegt werden, ohne dabei die für derartige Messungen erforderliche Empfindlichkeit einzubüßen. Die Erregung bzw. Dämpfung des torsionalen Schwingungszustandes mußte leicht möglich sein, ebenso eine genaue Ablesung der auftretenden

Amplituden. Größter Wert war auf die Zentrierung des Schwingungssystems zu legen. Seine temperaturempfindlichen Teile mußten weitestgehend vor der Ofenstrahlung geschützt und auf konstanter Temperatur gehalten werden.

3. Die Schwingungsapparatur (konstruktiver Teil).

Zur Verfügung stand ein Oberhoff'scher Vakuumofen ältester Konstruktion. Der untere Teil des Ofens sollte den Schmelztiegel aufnehmen und den Schwingkörper des Systems, während auf den Deckel des Ofens ein Rohr aufgesetzt werden sollte, in dem die Aufhängevorrichtung zu befestigen war. Die geringe lichte Weite des Ofenunterteils von nur 145 mm Dmr. (Abb. 1) bedingte, daß der Schmelztiegel a gleichzeitig die Heizwicklung tragen mußte. Als Schwingkörper wurde eine auf 20 mm Dmr. geschliffene Kugel aus durchsichtigem Quarz benutzt. Diese Kugel b wurde mit ihrem Stiel in einen Spannkopf c eingeklemmt, der durch den aus Messing gefertigten Verlängerungsstab g mit einer Art Käfig fest verschraubt war. Letzter bestand aus den 2 Ringen e_1 und e_2, dem Querriegel d und den Halteschrauben f. Der untere Ring e_2 konnte mit Gewichten beschwert werden, die gleichmäßig über den Umfang verteilt waren und durch Paßstifte ihre Lage nicht ändern konnten. Die durch den Käfig erzielte Beschwerung des Schwingsystems kompensiert zunächst den durch das Schmelzbad und die Quarzkugel bedingten Auftrieb und bewirkt ferner eine genügende Stabilität des Schwingungszustandes. Der aus dem Unterteil des Ofens ragende Verlängerungsstab g trug an seinem oberen Ende eine sauber gearbeitete Stahlschneide. Dieselbe wurde durch eine entsprechende Öffnung des Teils h geführt, h selbst war fest mit i verschraubt. Durch eine Drehung um 90° kam die Stahlschneide in eine genau gearbeitete Pfanne zu liegen. Auf diese Art war eine rasche und gute Be- und Entfestigung des unteren Teils der Schwingungsapparatur mit dem oberen Teil bewerkstelligt. An den zylindrisch geformten Körper i wurden an zwei gegenüber liegenden Stellen Ebenen angehobelt, an welchen die Spiegel l befestigt wurden. Ferner trug i zwei radial angeordnete Eisenstifte j und einen mit einem Röllchen versehenen Ansatz k. Über diese Rolle wurde der bifilar angeordnete Aufhängedraht geführt. Bei demselben müssen die Längen der Drahtschenkel

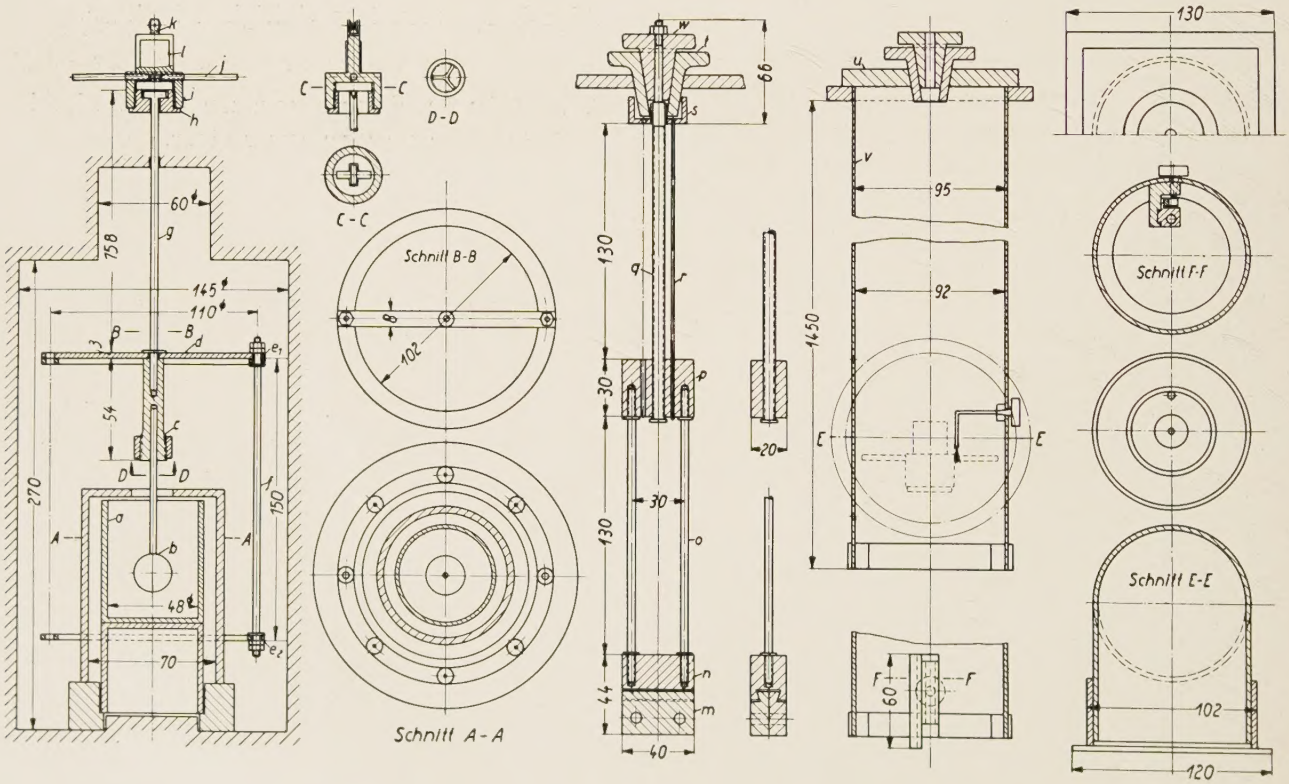

Abbildung 1.
Aufbau der Schwingungsapparatur.

gleich und parallel sein und die Spannung in beiden Drähten muß dieselbe sein. Das Röllchen wirkt auf 2 dieser Forderungen hin. Nach erfolgter Aushängung des Systems wurden Röllchen und Draht mittels Kupferamalgam festgelegt. Die beiden Enden des bifilaren Messingdrahtes von 0,2 mm Dmr. wurden in die verschraubbaren Klemmbacken m geklemmt. Diese waren mit Schwalbenschwanz versehen und wurden in entsprechend geformte Ausschnitte der Senkvorrichtung geschoben, die aus dem Halter n, den mit Links- und Rechtsgewinden versehenen beiden Stiftschrauben o, der Mutter p, der Spindel q, den 2 Führungsstangen r und der Buchse s bestand. Die Spindel q wurde durch 2 ineinander gesteckte und durchbohrte Schliffe geführt und mit einer Schraubenmutter gehalten. Die Spindel wurde vergossen, durch Drehen des Schliffes w konnte die Höhe der Apparatur eingestellt, durch Schliff t konnte die gesamte Schwingungsapparatur gedreht werden. Die Buchse s wurde ebenfalls mit t vergossen. Die Führungsstangen r verhinderten ein Verdrehen der Apparatur bei der Höheneinstellung. Der Schliff t war in eine viereckige Glasplatte u eingesetzt, die ihrerseits auf dem Flansch des Messingrohres v aufgeschliffen war. Dies besaß an seinem unteren Teil einen Tubus, der mit einer ebenen Glasplatte verschlossen war. Eine durch Metallschliff betätigte Vorrichtung aus Zahnrad und Zahnstange ermöglichte, das an der Zahnstange befestigte Thermoelement in seiner Höhenlage genügend zu verschieben. Ein auch durch Schliff zu betätigender „Pinsel" erlaubte eine rasche Dämpfung von großen Erschütterungen der Schwingungsapparatur. Das Rohr v wurde auf den Ofendeckel gestellt und mit demselben vergossen; es erhielt ferner eine Führung. Das Abheben des Deckels mit Rohr erfolgte mittels Rolle und Gegengewichten. Die Feinerregung des Schwingungssystems geschah sicher durch eingebaute kleine Magnetspulen, die von außen erregt wurden. Zur Ablesung der Amplituden wurde zunächst in 1 m — später in 3 m — Entfernung vom Spiegel eine gebogene Skala mit einem Radius von 1 bzw. 3 m aufgestellt. Die Ablesung erfolgte mit Fernrohr.

4. Die Bedienung der Schwingungsapparatur.

Die Zustellung erfolgte durch Einsetzen von abgewogenem Quecksilber (Marke Kahlbaum) in den Schmelztiegel. Darauf wurde der Ofendeckel mit Rohr und vollständiger Schwingungsapparatur vorsichtig aufgesetzt, wobei die Quarzkugel bei den ausgeführten Quecksilberversuchen schon genügend tief in das Metall eintauchte. Nach Erzeugung des Vakuums erfolgte die weitere Bedienung der Apparatur von einer Stelle aus (Abbildung 2). Die Heizung, Temperaturmessung, Erregung der Schwingungseinrichtung und Ablesung der auftretenden Amplituden war derartig eingerichtet, daß es bequem von einer Person bewerkstelligt werden konnte. Bei einem Versuch bei erhöhter Temperatur wurde das Thermoelement derart geführt, daß sein Schutzrohr gerade die Innenwand des Tiegels berührte und seine Heißlötstelle sich mit dem Mittelpunkt der Quarzkugel in einer horizontalen Ebene befand. Bei allen Versuchen wurde eine Spiegeldrehung von 4° eingehalten.

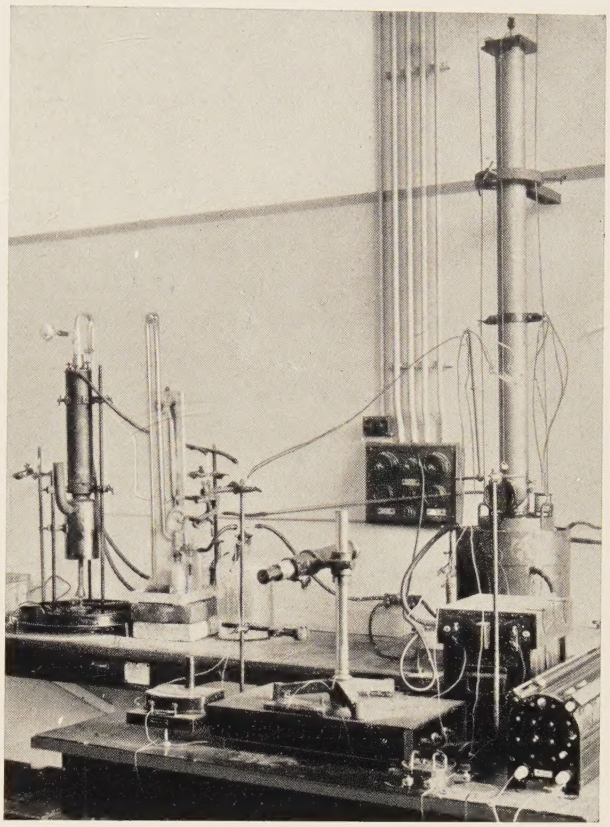

Abbildung 2. Versuchsstand.

5. Die Schwingungsversuche.

a) Die Ergebnisse der Vorversuche.

Zunächst wurden Schwingungsversuche bei 20° C in Luft bei verschiedenen Vakua ausgeführt.

Die Reproduzierbarkeit vergleichbarer Versuche war sehr schlecht. Eine Erklärung der starken Schwankungen in den log. Dekrementen war mehr in der Ungenauigkeit der Ablesung als in der sonstigen Versuchseinrichtung zu suchen. Die Entfernung Spiegel—Skala wurde deshalb von 1 m auf 3 m erhöht. Die hierauf angestellten Versuche im Vakuum bestätigten obigen Schritt und ergaben Werte, die vom Mittel 0,001405 nicht mehr als um ± 1% abwichen.

b) Die Änderung des log. Dekrementes von Quecksilber mit der Zeit.

Das log. Dekrement von Schwingungen im Quecksilber erfuhr mit der Zeit eine deutliche Zunahme, und zwar stieg es von 0,00245 auf rd. 0,0350 innerhalb 17 Stunden, wenn das Quecksilber in dieser Zeit ruhig im Tiegel gestanden hatte. Wurde es jedoch vor der 2. Messung (also nach 17 Stunden) kräftig umgerührt, so ergab sich wieder dasselbe log. Dekrement wie unmittelbar nach der Einfüllung. Stand das Quecksilber während der Zeit in neutraler Atmosphäre (z. B. Argon), so stieg das log. Dekrement nur halb so stark an. Obige Erscheinung wurde schon von Schmidt[7]) und Fawsitt[8]) beobachtet. Letzterer führt dieselbe auf — wenn auch nicht sichtbare — Verunreinigung der Oberfläche zurück. Beide Forscher betonen, daß die Quecksilberoberfläche völlig blank und sauber aussah, wie es auch bei obigen Versuchen der Fall war. Zur Deutung kann man an die oberflächliche Oxydation, aber auch an eine Alterung des Quecksilbers denken. Die Alterung bewirkt eine Abnahme der Oberflächenspannung, wie sie ja auch empirisch gemessen worden ist, die eine zunehmende Haftfähigkeit des Quecksilbers bedingen würde. Der Befund obiger Versuche spricht nicht dagegen, daß beide Faktoren hier ihren Einfluß ausüben.

c) Die Änderung des log. Dekrementes mit der Temperatur.

Die Schwingungsversuche mit Quecksilber bei 82° C — die größte Temperaturschwankung während der Dauer eines Versuches betrug selten 1 bis 2° — zeitigten sehr unregelmäßige Dämpfungen. Versuche ergaben, daß diese Störungen nicht durch Induktionsströme, sondern durch Konvektionsströme bedingt waren. Als Maßnahme gegen die Störungen durch Konvektionsströme kam in unserem Fall eine Beschwerung des Pendels in Frage, wodurch zwar die Empfindlichkeit der Apparatur herabgesetzt wurde. Dies brachte jedoch nicht den gewünschten Erfolg. Einwandfreie Messungen konnten auch hiermit bei erhöhter Temperatur nicht erzielt werden.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die durch die Heizung auftretenden Wärmeströmungen die Mißerfolge verursacht haben. Bei genügend hohem Vakuum machen sich nur die Konvektionsströme des Metallbades sehr störend bemerkbar, bei schlechtem Vakuum jedoch auch die des in der Apparatur verbleibenden Gases. Die Ausbildung des Schmelztiegels als Träger der Heizspirale — bedingt durch die Beengtheit des verwendeten Vakuumofens — hat sich als unbrauchbar erwiesen. Es besteht hier die Gefahr der Wandüberhitzung und die dem Bad zugeführte Wärme kann stark in den umgebenden kalten Raum abfließen. Es wandert die Wärme und somit die Strömung von der Tiegelwandung ins Innere des Metallbades und trifft hier auf die Quarzkugel, also auf eine starre Wand. Je nach der Ausbildung der Wärmeströmung kann diese Anlaß zu einer Verzögerung wie aber auch Beschleunigung der Pendelbewegung sein (Magnuseffekt).

6. Kritik und Vorschläge zur Änderung der Apparatur.

Das Schmelzen in einem genügend weiten, sehr gleichmäßig erhitzten Raum müßte das Auftreten der Konvektionsströme sehr stark vermindern. Ob diese jedoch so vollkommen auch bei sehr hohen Temperaturen zu beseitigen sind, daß die empfindsamen Messungen nicht gestört werden, hängt lediglich von der erreichbaren Vollkommenheit des thermostaten Schmelzraumes ab. Immerhin bedeuten die Konvektionsströme für die Messung der inneren Reibung nach der Schwingungsmethode eine ernste Gefahr. Einen derartig thermostaten Schmelzraum verwendete auch Dantuma[9]) zu seinen Versuchen und bestimmte Absolutwerte der inneren Reibung von geschmolzenen Salzen. Auch Herty[10]) benutzte für seine Relativbestimmungen von Schlacken einen ähnlichen Schmelzraum. Bei einer derartigen Umgestaltung der vorliegenden Apparatur müßte der Käfig entsprechend aus hochhitzebeständigem Material gefertigt sein bzw. verlegt werden. Ein entsprechend stärkerer Wärmeschutz des oberen Apparaturteils müßte dann auch gewährleistet sein. Ofendeckel und Ansatzrohr würden zweck-

mäßig durch Schweißung starr miteinander verbunden. Eine derartig abgeänderte Apparatur dürfte auch für höhere Temperaturen brauchbar sein.

IV. Die Versuche mit einem Viskosimeter konstanter Druckhöhe und senkrechter Kapillare.

Vor der weiteren Ausgestaltung der Schwingungsapparatur sollte die Durchflußmethode zur Messung der inneren Reibung von Metallen herangezogen werden.

Sauerwald hatte die Durchflußmethode bis zu der hierfür extremen Temperatur von 1200° entwickelt. Das Viskosimeter nach Sauerwald arbeitet jedoch mit einer zeitlich veränderlichen Druckhöhe, bei dem die Auswertung etwas zeitraubend ist, und es sollte ein Viskosimeter mit konstanter Druckhöhe entwickelt und zunächst bei Raumtemperatur auf seine Brauchbarkeit geprüft werden.

1. Grundlagen der Durchflußmethoden.

Als Grundlage für die Durchflußmethode gilt das Poiseuille'sche Gesetz in Verbindung mit der Hagenbach'schen Korrektur. Das Gesetz gilt jedoch nur für laminare Strömung und unter der Voraussetzung, daß die Änderung der Geschwindigkeit mit dem Kapillardurchmesser der Gleichung einer Parabel folgt. Diese Voraussetzung ist dann gegeben, wenn die die Rohrwand benetzende Lamelle an ihr haftet. Ist $p = h \cdot \gamma$ (h = Säule in cm, γ = spezifisches Gewicht) der wirksame Druck, q (cm^2) der Querschnitt der Kapillaren, l (cm) = deren Länge, z die Zeit (sek) für den Durchfluß des Volumens v (cm^3), so ist die innere Reibung durch die Beziehung gegeben:

$$\eta = \frac{981\ p\ q^2\ z}{8\ \pi\ v\ l} - \frac{K\ \gamma\ v}{8\ \pi\ l\ z}\left(\frac{g}{cm\ sek}\right)$$

K = Hagenbach'sche Konstante = 1—1,12

2. Beschreibung der Durchfluß-apparatur.

Die Versuchsapparatur bestand aus einem genügend langen Glasrohr a (Abbildung 3, Entwurf I), das an seinem unteren Ende einen s-förmigen mit Schliff versehenen Ansatz b trug. In den Schliff wurde die Kapillare c mit 0,5 mm l. Dmr. eingesetzt. Der obere flanschartig ausgebildete Teil des Glasrohres, der genügend weit von der bei späteren Versuchen vorhandenen Zone hoher Temperatur entfernt ist, trug eine Messingkappe d mit 4 röhrenförmigen Durchführungen. Diese dienten zur Aufnahme des Thermoelementschutzrohres, des Gaszu- und -ableitungsrohres und des Mariotterohres.

Der Einbau eines Mariotte-Rohres, wie es ganz unabhängig von diesen Versuchen auch von Erk[11]) in seinem Viskosimeter für absolute Zähigkeitsmessungen angewendet wurde, sollte dafür sorgen, daß das Metall stets unter konstantem Druck in die Kapillare eintritt und der freie Austritt aus der Kapillare sicherte den konstanten Gegendruck. Das Mariotte-Rohr bestand aus einem einfachen Glasrohr von rd. 0,44 cm l. Dmr., dessen unterer Rand eben geschliffen war. Die Ermittlung der Durchflußmenge sollte derart erfolgen, daß das Metall in ein an einer Waage aufgehängtes Gefäß tropfte. Die Ausflußzeit für eine bestimmte Menge konnte durch Ein- und Ausschwenken dieses Auffanggefäßes oder durch sinngemäße Beobachtung der Waage erfolgen. Bei Versuchen bei höherer Temperatur sollte der Einschmelzraum und die Kapillare in den temperaturkonstanten Teil des Ofens verlegt werden. Die ausreichende Länge des Rohres bedingte, daß der obere Teil aus dem Ofen herausragte und die erforderlichen Dichtungen keine Schwierigkeiten bereiteten. Zur Zusammenstellung dieses Viskosimeters zur Gesamtapparatur (Abbildung 3) ist zu ergänzen: Das Mariotte-Rohr, an dem während des Versuches der Unterdruck lag, stand mit einem Wassermanometer und einer genügend geräumigen Glasflasche in Verbindung. Es konnte an das Mariotte-Rohr sowohl Überdruck, die freie Atmosphäre wie auch Unterdruck bis zur Höhe eines Wasserstrahlvakuums gelegt werden. Das Gasableitungsrohr konnte mit Überdruck, Unterdruck und der freien Atmosphäre in Verbindung gesetzt werden. Eingebaute Glashähne sorgten für entsprechende Schaltungsmöglichkeiten und für rasche Ermittlung von Undichtigkeiten innerhalb der Apparatur.

3. Die Durchführung der Versuche.

Erwies sich die Apparatur als dicht, so wurde das vorher filtrierte Quecksilber (Marke Kahlbaum) durch die Kapillare in das Ausflußgefäß eingesaugt, und zwar so hoch, daß das Quecksilber höher stand als der Eintritt in die Kapillare am Ansatz. Es wurde dadurch das Quecksilber — bei Fortnahme des Unterdruckes — in die Kapillare gepreßt und der Durchfluß begann. Schon

während des Ansaugens von Quecksilber in das Viskosimeter war die an das Mariotte-Rohr gelegte Glasflasche ungefähr auf den Unterdruck gebracht worden, wie er uns zur teilweisen Kom-

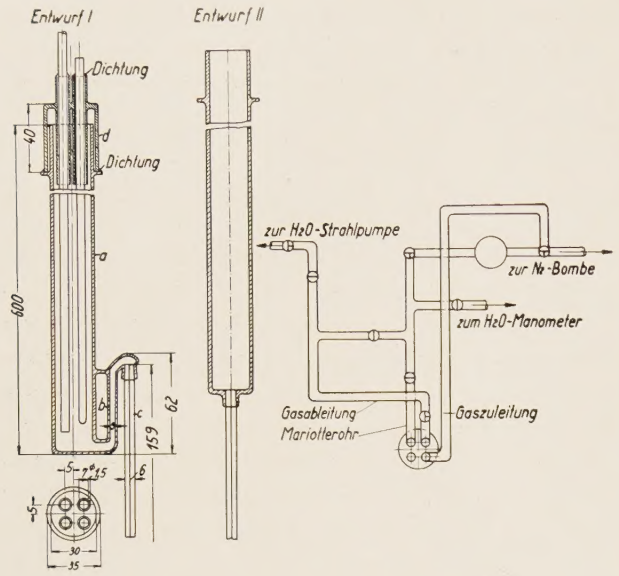

Abbildung 3.
Aufbau der Durchflußapparatur.

pensation der großen Saughöhe des ausfließenden Quecksilberfadens erwünscht erschien. Die Saughöhe war definiert durch die Strecke vom Ende des Mariotte-Rohres bis zum Ende der Kapillare und wurde bei jeder Versuchsreihe mittels Kathetometer mehrmals ausgemessen. Die Meßgenauigkeit der Kathetometerablesung betrug 0,002 cm. Eine geringe Regelung dieses angelegten Unterdruckes und ein rasches Inkrafttreten des Mariotte-Rohres erfolgte durch ganz kurzes Anlegen des Gasableitungsrohres an das Wasserstrahlvakuum. Hierdurch drückte die Luft aus dem Ausgleichsbehälter durch das Mariotte-Rohr in den stärker luftverdünnten Teil des Zähigkeitsmessers. In diesem Stadium des Versuches wurde so geschaltet, daß nur das Mariotte-Rohr mit dem Wassermanometer und dem Puffer-Gefäß in Verbindung stand, alle übrigen Zuleitungen wurden zum Viskosimeter hin abgesperrt. Erst bei regelmäßigem Arbeiten des Mariotte-Rohres wurde in den Vorversuchen — während einer mit Stoppuhr gemessenen Zeit — die ausfließende Quecksilbermenge aufgefangen. Zu Beginn und Ende der Ausflußzeit wurde der am Manometer abgelesene Unterdruck und die Temperatur festgestellt. Die Ausflußmenge wurde durch Auswägen ermittelt.

4. Die Ergebnisse der Vorversuche.

In Zahlentafel 1 sind die Ergebnisse der Vorversuche zusammengestellt. In Spalte 5 ist der wirksame Druck p in cm WS angegeben. Derselbe

Zahlentafel 1.

Vorversuche mit der Durchflußapparatur mit senkrechter Kapillare.

(Kapillarradius = 0,02503 cm, Kapillarlänge = 15,9 cm)

1 Versuch Nr.	2 Zeit sek	3 Temperatur °C	4 Ausflußmenge g	5 Wirksamer Druck cm WS	6 Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
4a	180	20,0	21,5701	31,25	0,0332
4c	„	„	19,8215	29,85	346
4d	„	19,5	35,7178	37,75	240
4f	„	20,2	33,7996	36,55	246
12a	„	16,8	33,0883	37,82	260
12b	„	17,3	32,2082	37,50	265
12c	„	17,8	27,1734	34,16	287
12d	„	17,8	27,1672	33,99	285
12e	„	17,7	26,8578	33,58	285
12f	„	17,5	26,3822	33,24	287
12g	„	17,5	25,8498	32,96	291
12h	„	17,5	25,2532	32,70	296
13c	„	17,5	28,8405	34,16	287
9d	120	19,1	31,7195	46,54	219
9e	„	19,1	31,6548	46,34	219
9a	„	18,8	50,7296	67,09	193
9b	„	18,8	50,3379	66,79	194
9c	„	18,8	50,0115	66,39	194
5a	„	19,8	55,4359	74,75	196
5b	„	19,8	55,9887	74,25	193
5c	„	19,8	55,5570	73,85	193
7a	60	19,8	35,1249	93,39	190
7b	„	19,8	35,3517	93,13	189
7c	„	19,8	35,3675	92,79	188
7e	„	19,8	34,9957	91,89	188
7f	„	19,8	34,4546	91,54	191
7g	„	19,8	34,5871	91,14	190
8a	„	19,8	47,8326	128,49	187
8b	„	19,8	47,7350	127,89	187
8c	„	19,8	47,5215	127,24	187
9f	„	19,2	47,4992	128,34	188
9g	„	19,2	47,3156	127,69	188
6d	„	19,3	57,0408	154,75	185
6e	„	19,3	57,0859	„	185
6f	„	19,3	56,9086	„	186
6g	„	19,3	56,6655	„	187
8d	„	19,8	56,5169	154,24	187
8e	„	19,8	56,6660	„	186
8f	„	19,8	56,4832	„	187

wurde ermittelt, indem von der wirksamen Saughöhe des Quecksilberfadens der an dem Mariotte-

Rohr wirksame Unterdruck abgezogen wurde. Man erkennt folgendes:

1. Die bei dem gleichen wirksamen Druck ausgeflossene Menge ist praktisch gleich.

2. Die Werte für die innere Reibung fallen mit wachsendem wirksamem Druck.

Eine bessere Übersicht bietet Abbildung 4, wo η in Abhängigkeit von p aufgetragen ist. Es ergibt sich ein hyperbelförmiger Verlauf der η-p-Kurve und zwar nähert sie sich asymptotisch den Koordinaten. Die Versuchswerte schmiegen sich

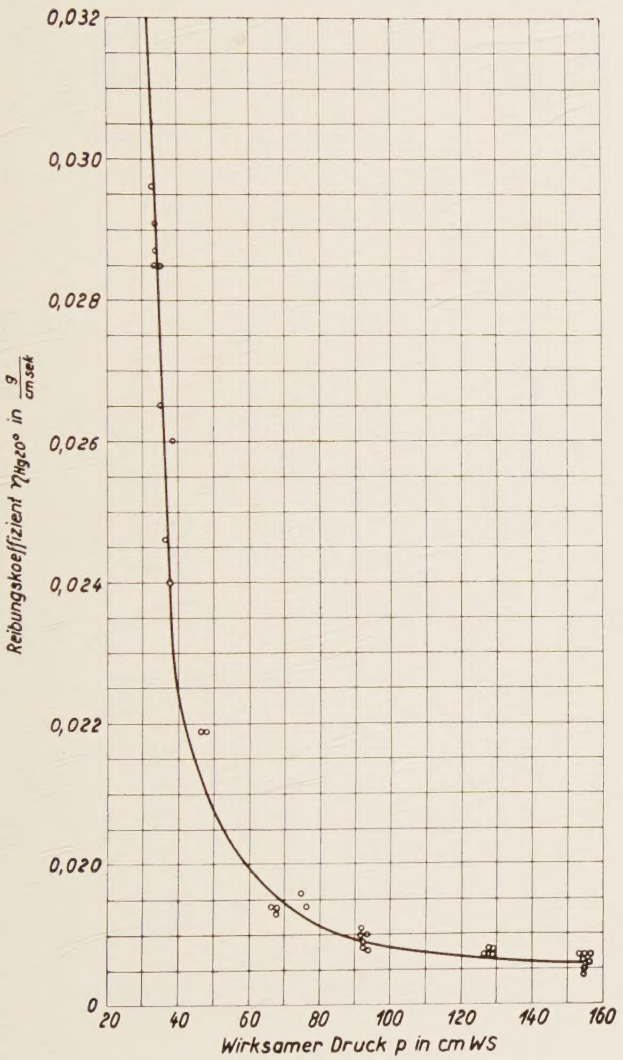

Abbildung 4.
Durchflußversuche mit Quecksilber bei Raumtemperatur.

relativ gut dem Kurvenverlauf an mit Ausnahme der 4 Werte bei einem Druck von rund 38 cm WS. In diesem Bereich tritt in einem engen Druckintervall eine sehr starke Änderung der η-Werte auf. Bei allen übrigen Werten ist die Abweichung der bei ungefähr gleichen p ermittelten η-Werte selten mehr als $\pm$ 1%. Der asymptotische Kurvenverlauf läßt es aussichtslos erscheinen, ohne Abänderung der Versuchsbedingungen den für 20° gültigen η-Wert von Quecksilber (0,01547) zu erreichen. Eine Abänderung der Apparatur nach Entwurf II der Abbildung 3 änderte an obigen Ergebnissen nichts.

5. Der Grund für die Fehlergebnisse.

Die Poiseuille'sche Gleichung gibt p, q, z, v und l als Faktoren an. Die 4 letzten Faktoren können auch bei stärkeren Ungenauigkeiten nicht den hohen Fehler von minimal 19,3% bedingen (0,001547—0,0185) und auch nicht die charakteristische Abhängigkeit vom Druck. Zu hohe Durchflußgeschwindigkeiten und damit die Gefahr der Turbulenzreibung konnten nicht der Grund der Fehlmessungen sein. Die Errechnung der Reynoldschen Zahl $R = \frac{c\,D\,\rho}{\eta}$ (c = mittlere Geschwindigkeit, D = Kapillardurchmesser, ρ = Dichte), die für die Grenzversuche (4 c und 6 f in Zahlentafel 1) zu den Werten von 180 und 1556 führte, machte die Möglichkeit eingetretener Turbulenz recht unwahrscheinlich. Es bleibt als Grund für die mangelhaften Werte eine durch die Oberflächenspannung bedingte Fehlbestimmung des wirksamen Druckes.

6. Die Wirkungsweise der Mariotteschen Flasche bzw. des vorliegenden Viskosimeters.

Grundsätzlich müssen wir bei einem Ausfluß von Flüssigkeiten in einen von der Flüssigkeit nicht erfüllten Raum die Oberflächenspannung am Ausfluß entsprechend in Ansatz bringen. Bei der Mariotte-Flasche ist die in der Zeiteinheit stets konstante Ausflußmenge durch die Beziehungen gegeben:

a) Für Flüssigkeiten mit sehr kleiner Oberflächenspannung. (Gleicher Druck am Mariotterohr und Ausfluß). Der Druck auf die Ebene a—a (Abbildung 5) im Gleichgewichtsfall ist: $P = p + h_2$; — eine Verringerung von h_2 bewirkt eine Erhöhung von p.

Der Druck π auf die Ausflußöffnung beträgt: $\pi = P + h_1 - P = h_1$. (P = Druck am Mariotterohr und an der Ausflußöffnung, p = Gas-

druck im Raum I, h_1 = Flüssigkeitssäule vom Ende Mariotterohr bis zur Ausflußöffnung, h_2 = Flüssigkeitssäule vom Ende Mariotterohr bis zum Raum I).

Solange die Flüssigkeitshöhe in der Mariotte-Flasche $\geqq h_1$ ist, steht die Ausflußöffnung unter dem konstanten Druck h_1, die Ausflußmenge in der Zeiteinheit muß demnach konstant sein. Der Druck P kann die verschiedensten Werte anneh-

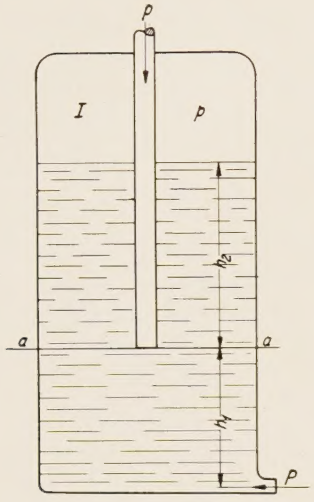

Abbildung 5. Mariotte'sche Flasche.

men und auch der Druck am Mariotte- und Ausfluß-Rohr kann ungleich sein, ohne daß die Gleichungen ihre Gültigkeit verlieren.

b) Für Flüssigkeiten mit erheblicher Oberflächenspannung.

In diesem Fall muß die Oberflächenspannung der Flüssigkeit am Mariotte-Rohr und an der Ausflußöffnung in Rechnung gesetzt werden. In beiden Fällen wirkt die Oberflächenspannung α dem treibenden Druck entgegen. Zur Veranschaulichung der Wirkung von α am Mariotte-Rohr betrachten wir den Verlauf des Druckausgleiches vom Mariotterohr zum Raum I (Abbildung 5). Durch das Ausfließen der Flüssigkeit sinkt der Druck im Raum I so weit — ehe ein Ausgleich erfolgt —, bis der Druck in dem Mariotte-Rohr gerade fähig ist, den Widerstand — gegeben durch die Oberflächenspannung der Flüssigkeit, die Flüssigkeitssäule h_2 und den Druck in Raum I — zu überwinden. Bezeichnen wir mit α_1 die Wirkung der Oberflächenspannung am Mariotte-Rohr, mit p den Gasdruck in Raum I, so gilt für die Ebene a—a im Gleichgewichtsfall:

$$P = \alpha_1 + h_2 + p.$$

Ist α_2 die Wirkung der Oberflächenspannung an der Ausflußöffnung, P der Gegendruck hierselbst, so steht dieselbe unter dem Druck:

$$P + h_1 - (P + \alpha_2) = h_1 - \alpha_2.$$

In unserem Falle dürfte also nur die Wirkung der Oberflächenspannung an der Ausflußöffnung in Rechnung zu setzen sein.

Dieser oben geschilderte Druckausgleich innerhalb der Mariotte-Flasche vollzieht sich in regelmäßigen Zeitabständen. Es bildet sich also innerhalb dieser Zeit am Mariotte-Rohr eine Blase, die nach Erreichung der maximalen Blasengröße abreißt, wonach die Flüssigkeit in das Mariotte-Rohr zurückschnellt. Durch dieses zeitliche Spiel findet also um die Mittellage a—a dauernd eine zeitlich nicht kontrollierbare Veränderung der Höhe h_1 statt, die besonders bei geringem wirksamen Druck recht erhebliche Fehlbestimmungen der als konstant angesetzten Höhe h_1 mit sich bringen muß.

7. Die experimentelle Bestätigung des Einflusses der Oberflächenspannung.

Bevor an eine Beseitigung des erkannten Fehlers zu denken war, sollten zunächst die entwickelten Beziehungen durch den Versuch nachgeprüft werden. Es wurde hierzu das Mariotterohr aus dem Viskosimeter entfernt und durch Steigerung des an das Viskosimeter gelegten Unterdruckes der Unterdruck U bestimmt, der gerade der Quecksilbersäule Q — festgelegt durch den Stand des Quecksilbers im Viskosimeter einerseits und dem Ende der Kapillare andererseits — das Gleichgewicht hielt. Es ergab sich hier eine entsprechende Differenz, die zwischen 369 und 376 mm schwankte (Zahlentafel 2). Aus dem Kapillarradius (0,02503) errechnet sich eine Steig-

Zahlentafel 2.
Gleichgewichtseinstellungen am Viskosimeter ohne Mariotte-Rohr.

Gemessener Unterdruck mm WS	Quecksilber-Säule gemessen cm	Quecksilber-Säule umgerechnet mm WS	Differenz (Spalte 3–1) mm WS
1709	15,318	2078	369
1636	14,825	2011,7	375
1537	14,048	1906	369
1461	13,541	1837	376
1380	12,938	1755	375

höhe von 385,8 mm Wassersäule (Oberflächenspannung des Quecksilbers (20° C) = 473 Dyn/cm). Bei diesen statischen Gleichgewichtsversuchen tritt demnach die Oberflächenspannung voll in Erscheinung, und zwar ist dieselbe von dem wirksamen Druck abzuziehen. Die Ergebnisse derselben Versuche, jedoch mit eingebautem Mariotterohr, gibt uns Zahlentafel 3. Wir ersehen, daß die Bestwerte sich denen der Zahlentafel 2 ziemlich

Zahlentafel 3.
Gleichgewichtseinstellungen am Viskosimeter mit Mariotte-Rohr.

Gemessener Unterdruck	Quecksilber-Säule gemessen	umgerechnet	Differenz (Spalte 3–1)
mm WS	cm	mm WS	mm WS
1202	11.40	1547	345
1231	„	„	316
1193	„	„	354
1196	„	„	351
1201	„	„	346
1221	„	„	326

nähern, sich jedoch von der errechneten Steighöhe um 31 mm unterscheiden. Dieser größere Unterschied ist dadurch bedingt, daß am Mariotterohr eine Luftblase zur Ausbildung gelangte, die unsere in Rechnung gesetzte Saughöhe verringerte.

8. Die Versuche zur Beseitigung der Einwirkung der Oberflächenspannung am Ausfluß.

Der Versuch, den Einfluß der Oberflächenspannung rechnerisch zu berücksichtigen, war ergebnislos. Experimentell erreicht man die Ausschaltung der Wirkung der Oberflächenspannung am Ausfluß am besten, wenn die Kapillare in ein genügend weites Gefäß mit der Versuchsflüssigkeit eintaucht. In dieser Anordnung ist abermals ein Gleichgewichtsversuch ausgeführt worden mit entferntem Mariotterohr. Es ergab sich hierbei ein gemessener Unterdruck von 1938 mm WS, der einer Quecksilbersäule, äquivalent mit 1945 mm WS, das Gleichgewicht hielt. Man ersieht, daß durch obige Maßnahme die Wirkung der Oberflächenspannung am Austritt beseitigt ist. Die Differenz von 7 mm WS erklärt sich teils durch die erfolgte Umrechnung, teils durch eine geringe fehlerhafte Ablesung der beiden Quecksilberspiegel.

9. Die Durchflußversuche unter Ausschaltung der Wirkung der Oberflächenspannung am Kapillaraustritt.

Auf Grund obigen Resultates wurden Versuche ausgeführt, bei denen die Kapillare in ein schräg gestelltes Becherglas eintauchte und die ausgeflossene Menge durch Überlauf ermittelt wurde. Diese Versuche wurden jedoch bald aufgegeben, da der Überlauf infolge der Oberflächenspannung nicht kontinuierlich arbeitete und bei dem Überlaufen infolge der großen Oberfläche die übergetretenen Mengen nicht definiert genug waren. Außerdem war die Ausschaltung der zeitlichen Druckänderung am Ausfluß nicht gegeben. Darauf wurde die Kapillare in ein genügend weites u-förmig gebogenes Glasrohr (7,4 mm l. Dmr.) gesenkt, das mit Quecksilber gefüllt war und an der Auslaufseite eine Tülle besaß. Auch hier erfolgte der Überlauf diskontinuierlich, jedoch in rascher Folge und die übertretenden Mengen waren bestimmter. In Zahlentafel 4 und Abbildung 6a sind die entsprechenden Versuche eingetragen. Es besteht noch eine leidliche Konstanz der Werte. Aber auch hier zeigt der Gang der η-Werte in Abhängigkeit von p einen Ver-

Zahlentafel 4.
Durchflußversuche mit Überlauf.

Versuch Nr.	Zeit sek	Temperatur °C	Ausflußmenge g	Wirksamer Druck cm WS	Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
19 c	200,6	20,6	41,8076	29,26	0,0175
19 b	200,2	20,5	43,0490	30,21	175
18 c	152,3	20,5	40,3646	36,295	169
18 d	160,0	20,5	41,7302	35,895	170
18 b	143,8	20,5	37,7027	36,695	173
19 a	170,4	20,6	41,0653	31,01	159?
22 a	188,4	19,3	13,3772	13,22	237
22 d	187,0	19,3	35,4425	28,32	187
21 a	120,0	19,5	37,9182	43,50	169
21 b	120,0	19,5	37,5517	43,15	169
21 c	122,0	19,5	37,5478	42,40	169
21 d	122,2	19,5	37,1423	41,90	169
35 a	123,0	19,2	44,8745	51,50	168
35 b	124,0	19,2	45,5463	50,60	171
35 d	120,0	19,2	24,0222	29,66	185
35 e	122,0	19,4	23,9469	29,56	188
35 f	180,0	19,4	115,3047	89,71	163

lauf, der stark an den Kurvenverlauf der Vorversuche erinnert. Die ganze Kurve hat jedoch erwartungsgemäß eine Verschiebung zu niedrigeren η-Werten erfahren. Dieselben liegen aber noch zu hoch. Auch hier darf man nicht vergessen,

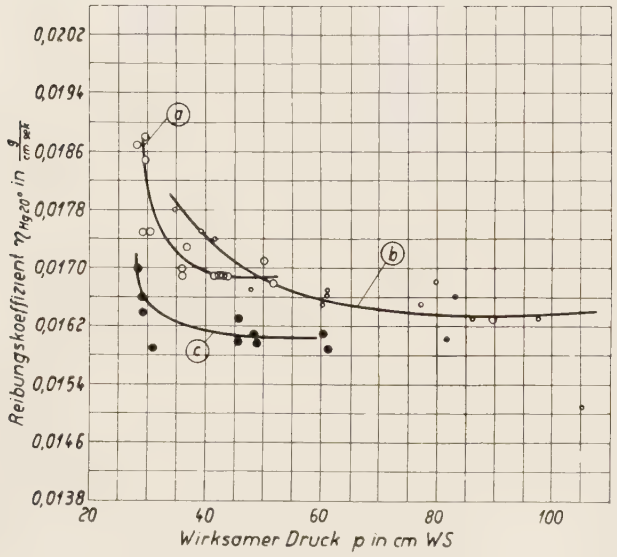

Abbildung 6.

Durchflußversuche mit Quecksilber bei Raumtemperatur.

a = Mariotterohr, Überlauf; nach Zahlentafel 4.
b = Meriotterohr, Kapillare taucht in weites Gefäß mit Quecksilber; nach Zahlentafel 5.
c = Mariotterohr mit Plättchen, Überlauf; nach Zahlentafel 6.

daß am Überlauf ebenfalls die Oberflächenspannung — jedoch in vermindertem Maße als an der Kapillaren — angreift und auch am Überlauf ein zeitliches Spiel des Quecksilber-Meniskus eintritt. Um auch diese Einwirkung der Oberflächenspannung auszuschalten, tauchte die Kapillare in ein Gefäß nach Abbildung 7a. Das abgewogene Quecksilber stand schon zu Anfang des Versuches bis in den weiten Teil des Einlaufgefäßes, um so eine möglichst geringe Höhenveränderung während des Versuches zu erzielen. Dieselbe war stets kleiner oder gleich 1 mm und es wurde das Mittel der Höhe zu Beginn und Ende des Versuches in Rechnung gesetzt. Zur Ermittlung der genauen Durchflußzeit und -menge war es nötig, die Kapillaröffnung verschließbar zu gestalten. Ein Glasstab mit einer kleinen senkrecht zu ihm angeschmolzenen ebenen Glasplatte, auf welcher eine Gummischeibe befestigt war, ermöglichte dies (Abbildung 7b).

Die Ausflußmenge ergab sich bei diesen Versuchen aus der Differenz der Ein- und Auswage des Quecksilbers im Einlaufgefäß. Die Versuchswerte sind in Zahlentafel 5 und Abbildung 6b angeführt. Man erkennt auch hier einen Kurvenverlauf, der mit dem schon besprochenen noch eine gute Ähnlichkeit aufweist. Die Reproduzierbarkeit ist aber hier bedeutend schlecher als bei den Vorversuchen (max. Streuung 5%). Deutlich erkennt man jedoch, daß die η-Werte wiederum zu tieferen Werten gedrückt sind. Mit diesen Maßnahmen war die Einwirkung der Oberflächenspannung am Ausfluß auf ein Minimum reduziert, zwar war durch das Steigen des Quecksilbers im Einlaufgefäß eine geringe Abnahme der wirksamen Druckhöhe in Kauf genommen worden. Die nun noch bestehende Differenz zwischen Meß- und Sollwert müssen wir dem Mariotterohr zur Last legen.

10. Die Versuche zur Beseitigung des Fehlers am Mariotterohr.

Wie schon erwähnt, tritt am Mariotterohr vor allem die Blasengröße, ihre zeitliche Ausbildung und das Zurückschnellen des Quecksilbers in das Mariotterohr nach Ablösen der Blase fälschend in Erscheinung. Eine Beeinflussung der Blasengröße

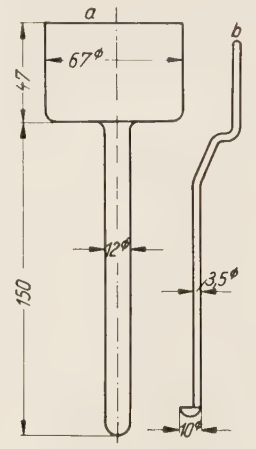

Abb. 7a. Abb. 7b.

Abb. 7a. Gefäß zur Verhütung der Einwirkung der Oberflächenspannung.

Abb. 7b. Glasstab zum Verschließen der Kapillaröffnung.

läßt sich durch Anschmelzen eines Plättchens dicht (rd. 0,5 mm) unter das Ende des Mariotterohres erzielen. Versuch 25 und 26 wurden mit einer derartigen Anordnung und mit Überlauf

Zahlentafel 5.

Durchflußversuche, bei welchen die Kapillare in ein weites Gefäß mit Quecksilber eintaucht.

Versuch Nr.	Zeit sek	Temperatur °C	Ausflußmenge g	Wirksamer Druck cm WS	Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
38	120.4	20.4	124,3324	146,0	0,0156?
39	120.0	21,8	118,2518	141,0	159?
40	150,3	21,0	92.9829	86,2	163
41	122,0	21,4	84.7366	97,5	163
43	76.0	19.0	113,9967	252,0	178
45	180,0	18,9	136,0670	107,5	164
46	120.0	19,6	95,9635	105,15	149?
47	60.0	19,6	55.4434	134,35	172
48	60.0	19,6	71,9537	182,25	165
49	107.2	19,7	63.1678	83.0	166
50	106.0	19,7	59.5701	79,90	168
53	107,2	22,1	64.0901	81,55	160
54	107,5	21,7	59,6850	77,27	165
55	141.8	22,6	62,3711	60,99	167
56	143,2	20,1	62,8495	60,20	165
57	141,3	19,9	62,3447	61,02	166
58	180.0	19,7	62.7083	47,70	167
59	180.2	21.0	50.0821	39,42	175
60	180,2	20.7	53.0865	41,58	174
61	180,4	21,0	43.6816	34,86	178
62	53,0	20,7	43,5208	113,52	157?

ausgeführt. Nach der graphischen Darstellung (Abbildung 6c, Zahlentafel 6) zeigen die η-Werte in Abhängigkeit von p einen uns bekannten Verlauf. Die Werte weisen meist geringe Streuungen auf und liegen bei p = 40 gegenüber den Werten der Kurve a um rund 8 Einheiten tiefer.

Zahlentafel 6.

Durchflußversuche mit Überlauf.

Versuch Nr.	Zeit sek	Temperatur °C	Ausflußmenge g	Wirksamer Druck cm WS	Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
25 a	124,1	20,2	27,4958	29,31	0,0164
25 b	124.1	20,0	26,8805	29.01	166
25 c	122,0	20,0	25,500	28,66	170
25 d	122,0	20,0	42,5874	45,81	160
25 e	123,4	20,0	42,1941	45,76	163
26 b	122,3	20,0	44,8383	48,53	161
26 a	121,0	20,0	45,1874	49.16	160
26 d	91,0	19,9	41.0614	60,51	161
26 c	92,5	19,9	42,6027	61,28	159

11. Die Versuche unter Vermeidung des Fehlers am Mariotterohr und unter Ausschaltung der Oberflächenspannung am Kapillaraustritt.[1])

Die Abbildung 6 ist insofern interessant, als man aus ihr die experimentelle Bestätigung für die richtig erkannten Ursachen der Fehlmessungen ersehen kann. Bei den Versuchen der Kurve a ist weder die Oberflächenspannung am Ausfluß noch das Blasenspiel am Mariotterohr ausgeschaltet worden. Die Werte liegen entsprechend hoch. Die Werte zur Kurve b sind aus Messungen, wo nur die Oberflächenspannung am Ausfluß ausgeschaltet ist; bei den Versuchen zur Kurve c ist lediglich das Blasenspiel am Mariotterohr stark vermindert. Eine sinngemäße Kombination muß zu richtigen η-Werten führen. So erniedrigt die Ausschaltung der Oberflächenspannung am Ausfluß den η-Wert (bei p = 50 cm WS) um 0,0008 Einheiten (0,0169 bis 0,0161), die Vermeidung des Blasenspiels am Mariotterohr um 0,0005 (0,0169 bis 0,0164). Die Vermeidung beider Fehler ergibt:

$$0{,}0169 - (0{,}0008 + 0{,}0005) = 0{,}0156.$$

Auf Grund dieser Erkenntnisse wurde folgende Versuchsreihe durchgeführt. Verwendet wurde das abgeänderte Mariotterohr und das Kapillarende tauchte in ein etwa 60—70 mm weites Gefäß mit Quecksilber ein. Diese Versuchsausführung zeitigte einige richtige η-Werte, jedoch traten Schwankungen derselben auf von 0,0152 bis 0,0158. Eine Druckabhängigkeit war jedoch nicht mehr festzustellen. Die Schwankungen müssen wie folgt gedeutet werden:

a) Obige Versuchsausführung bedingt ein Ansteigen des Quecksilbers im Einlaufgefäß, also eine zeitliche Verringerung der Druckhöhe, die bei obigen Auswertungen nur als arithmetisches Mittel in Rechnung gesetzt wurde.

b) Es zeigte sich, daß eine Unterbrechung des Ausströmens von Quecksilber aus der Kapillare

[1]) Für die Unterstützung bei den folgenden Versuchen sei auch an dieser Stelle Herrn Dipl.-Ing. J. Rudhart bestens gedankt.

sehr nachteilig ist. Während dieser Unterbrechung dringt Quecksilber in das Mariotterohr ein und verzögert somit die erste Blasenbildung zu Anfang des Versuches.

12. Die Versuche unter Vermeidung aller erkannten Fehler.

Aus obigen Gründen wurde die Versuchsmethode nochmalig grundlegend umgeändert. Das durch Anschmelzen eines ebenen Plättchens sehr wesentlich abgeänderte Mariotterohr, ferner der

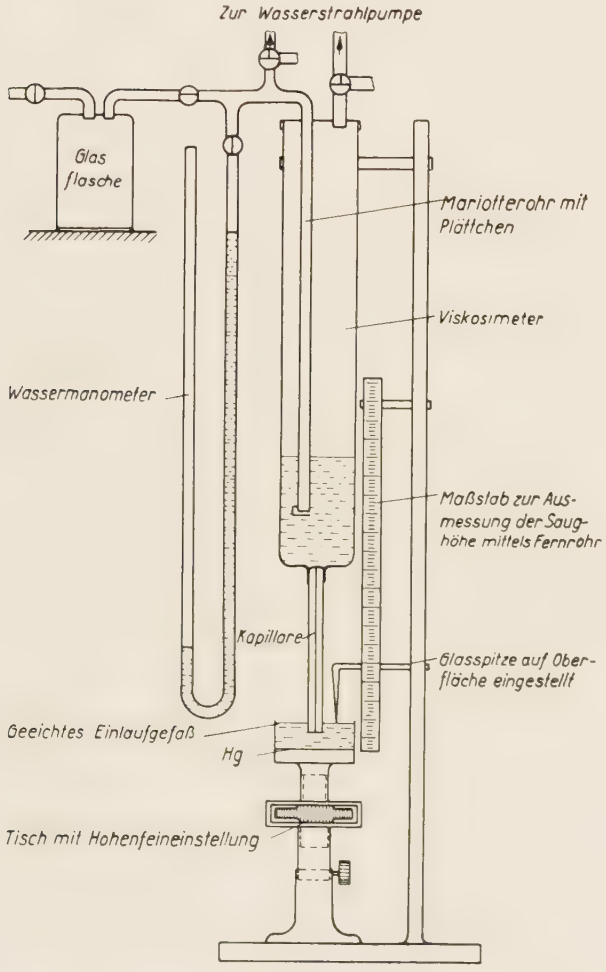

Abbildung 8.
Versuchsanordnung zur Vermeidung bisheriger Fehler.

Ausfluß in ein weites — mit Quecksilber gefülltes — Gefäß wurden beibehalten. Jedoch wurde die Unterbrechung des Ausströmens und das Ansteigen des Quecksilberspiegels im Einlaufgefäß wissentlich vermieden. Hierfür wurde das Einlaufgefäß auf ein Tischchen gestellt, das mittels einer Höhenfeineinstellung kontinuierlich um das Maß gesenkt wurde, wie sich der Quecksilberspiegel hob. Die Ablesegenauigkeit dieser Einstellung betrug 0,0033 cm. Die Erfassung der ausgeflossenen Menge bedingte eine Eichung des Einlaufgefäßes. Es ergab sich, daß das geeichte Gefäß — auch auf Kosten der Versuchsgenauigkeit — einen ziemlich weiten Durchmesser besitzen mußte, da anderenfalls die Oberflächenspannung wiederum fälschend in Erscheinung trat. Die Genauigkeit der Mengenermittlung ergab sich bei einem Gefäß mit 70 mm Dmr. für Quecksilber zu 1,738 g. Da diese Versuchsanordnung jedoch die Saughöhe des Quecksilberfadens konstant hält, kann obiger Meßfehler bei Wahl größerer Ausflußmengen prozentual erniedrigt werden. Der Aufbau dieser Versuchsanordnung ergibt sich aus der Abbildung 8, aus der alles Nähere zu ersehen ist. Die Versuchsausführung erfolgte in der schon beschriebenen Art. Die Ausmessung der Saughöhe geschah jedoch mittels Fernrohr und Maßstab, der neben das Viskosimeter lotrecht aufgestellt war (Meßgenauigkeit 0,1 mm). Eine auf die Quecksilberoberfläche fest eingestellte sehr feine, gefärbte und gut beleuchtete Glasspitze, die während des Versuches durch ein Fernrohr dauernd beobachtet wurde, ermöglichte eine um das Maß des Zuflusses kontinuierliche Senkung des Einlaufgefäßes. Die Höhensenkung ergab infolge der Eichung direkt die zugeflossene Quecksilbermenge. Die erzielten Ergebnisse sind in Zahlentafel 7 niedergelegt. Dieselben weichen von ihrem Mittel von 0,01547 (t = 19,8° C) maximal um ± 0,97% ab, auch fehlt hier die sonst beobachtete Druckabhängigkeit. Die gemessenen Werte

Zahlentafel 7.
Durchflussversuche unter Vermeidung aller erkannten Fehler.

Versuch Nr.	Zeit sek	Temperatur °C	Ausflußmenge g	Wirksamer Druck cm WS	Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
106	359	19.8	94.9732	31,25	0,0156
105	458	19,3	189.9464	48,75	155
103	801	19,3	332.4062	51,15	153
108	598	19,4	427,3794	94,11	156
107	401	19,5	332,4062	109,30	153
109	368	19,3	332.4062	221,63	155
110	278	20.7	284,9196	149,23	155

liegen durchaus in den Grenzen, wie sie auch von anderen Forschern angegeben werden. Der oben verbleibende Fehler ist hauptsächlich bedingt:

a) Durch das sehr stark verminderte, aber nicht vollkommen ausgeschaltete Blasenspiel am abgeänderten Mariotterohr.

b) Durch die nur auf $^1/_{10}$ mm genau ermittelte Saughöhe.

c) Durch die nur auf 1,7 g genau bestimmte Ausflußmenge, wodurch bei der mittleren Ausflußmenge von rd. 380 g sich ein Fehler von rd. 0,4% ergibt.

Die unter a und b genannten Faktoren dürften sich in dem verbleibenden Fehler von 0,57% etwa teilen. Man erkennt, daß der durch das Blasenspiel am Mariotterohr bedingte Fehler ziemlich klein ist. Die unter b und c genannten Fehler lassen sich noch reduzieren, so daß sich durch vorliegende Apparatur gut reproduzierbare und richtige Werte ermitteln lassen. Ihre Anwendung für höhere Temperaturen ist möglich, jedoch mit Schwierigkeiten verbunden. Gut geeignet ist sie jedoch zur Messung von Flüssigkeiten mit hoher Oberflächenspannung bei niedriger Temperatur.

V. Die Versuche mit einem Viskosimeter konstanter Druckhöhe und horizontaler Kapillare.

Die Versuche mit dem Viskosimeter mit senkrechter Kapillare hatten gezeigt, daß trotz des großen Einflusses hoher Oberflächenspannungen die Erzielung einer konstanten Druckhöhe erreichbar ist, sie hatten jedoch auch ferner gelehrt, daß für hohe Temperaturen die konstruktive Durchbildung einer derartigen Apparatur Schwierigkeiten bereiten würde. Es erschien uns daher für vorteilhafter, zunächst eine zweite Durchflußapparatur auszubilden. Auch hier sollte während des Versuches die Druckhöhe konstant sein. Erfüllt wurde diese Forderung dieses Mal durch eine liegende Kapillare. Die theoretische Grundlage für diese Apparatur ist naturgemäß dieselbe wie unter IV_1 angegeben.

1. Beschreibung der Apparatur.

Eine Glaskapillare (0,52 mm l. Dmr., 700 mm lang) wurde horizontal gelagert (Abbildung 9) und ihre beiden Enden unter Zwischenschaltung von je einem Dreiwegehahn auf möglichst kurzem Wege mit einer genügend geräumigen Druckflasche verbunden. Der Druck in derselben wurde durch ein Wassermanometer angezeigt. Als Druckgas diente zunächst Luft, späterhin jedoch Wasserstoff.

2. Ausführung der Versuche.

Obwohl wir auch hier die Einwirkung der Oberflächenspannung fürchteten, wurde zunächst die Bewegung eines Quecksilberfadens in der Kapillare untersucht. Zu diesem Zweck wurde ein Quecksilberfaden von rd. 100 mm Länge in die Kapillare eingesaugt und auf der Kapillare eine bestimmte Versuchsstrecke markiert. Dieselbe besaß zu beiden Seiten genügend lange Anlaufstrecken, damit man mit einer gleichmäßigen Geschwindigkeit des Quecksilberfadens beim Durcheilen der Versuchsstrecke rechnen konnte. Die Kapillare wurde einseitig mit der Druckflasche verbunden, während die andere Seite mit der Atmosphäre in Verbindung stand. Infolge des einseitig wirkenden Druckes setzte sich der Faden in Bewegung und es wurde die Zeit ermittelt, bei der die Marken der Versuchsstrecke passiert wurden. Durch entsprechende Schaltung der 2 Dreiwegehähne fand die rückläufige Bewegung des Fadens statt. Aus dem Kapillarradius, dem abgelesenen Druck, der gemessenen Zeit und Temperatur und der Länge der Versuchsstrecke und des Quecksilberfadens ergaben sich die Werte zur Errechnung von η nach der Poiseuille'schen Gleichung. Es sei bemerkt, daß die folgend angegebenen Zeit- und Geschwindigkeitswerte Mittelwerte

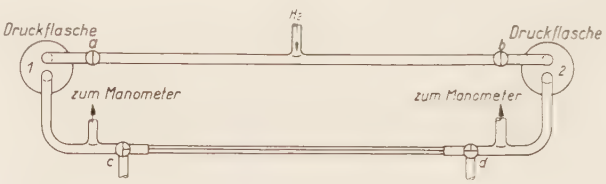

Abbildung 9.
Viskosimeter mit horizontaler Kapillare.
Kapillarabmessungen: Durchmesser = 0,520 mm
Länge = 700 „
Versuchsstrecke = 300 „

aus einer Reihe von Hin- und Herbewegungen des Fadens sind. Um die Druckänderung besser zu erfassen, wurde entsprechend Abb. 9 noch eine zweite Druckflasche eingebaut. Auch wurde bei

dieser Apparatur an jedem Ende der Kapillare ein Wassermanometer vorgesehen*).

3. Ergebnis und Deutung der Vorversuche.

Mit der Apparatur nach Abb. 9 wurden die Werte nach Zahlentafel 8 bestimmt. Man ersieht hieraus, daß dieselben meist zu hoch liegen, daß

Zahlentafel 8.

Durchflußversuche mit Quecksilber bei Raumtemperatur mit liegender Kapillare. Apparaturkonstanten: Kapillardurchmesser 0,520 mm; Kapillarlänge 700 mm. Versuchstrecke: 400 mm; Druckkorrektur 16,2 cm WS.

Versuch Nr.	Zeit (Mittel) sek	Wirksamer Druck p unkorrigiert cm WS	Wirksamer Druck p korrigiert cm WS	Geschwindigkeit v cm/sek	Reibungskoeffizient η $\frac{g}{cm\ sek}$
1	33,1	16,6	0,4	1,05	0,0044
2	27,9	18,4	2,2	1,47	0,0174
3	9,9	22,2	6,0	4,00	196
4	5,82	26,6	10,4	6,90	200
5	3,90	31,6	15,4	10,25	199
6	2,85	38,0	21,8	14,00	206
7	2,20	44,4	28,2	18,20	205
8	1,73	49,8	33,6	23,05	192

aber eine Beziehung zwischen dem wirksamen Druck und dem Reibungskoeffizienten nicht besteht. p und v in Abhängigkeit voneinander aufgetragen (Abb. 10) ergeben eine Gerade. Die zu beobachtenden geringen Abweichungen von dieser einfachen Beziehung erklären sich durch die nicht einwandfreie Beschaffenheit der Kapillare. Eine fehlerlose Kapillare von dieser Länge wird man ohne sorgfältigste Auswahl schwerlich erhalten. Eine derartige Auswahl, die nicht vorgenommen wurde, dürfte diese Abweichung zum Verschwinden bringen. Bemerkenswert ist bei dieser Geraden, daß dieselbe nicht durch den Koordinatenanfangspunkt geht, sondern bei $v = o$ die Ordinate bei $p \approx 160$ mm schneidet. Dieses besagt jedoch, daß erst von einem wirksamen Druck von mehr als 160 mm WS bei vorliegenden Bedingungen der Quecksilberfaden sich in Bewegung setzt. — Die Ursache für die zu hohen η-Werte suchten wir zunächst in der Apparatur und zwar kamen hier besonders in Frage: Ungleichmäßigkeiten im Querschnitt der Kapillare und Verschmutzung derselben. Es zeigte sich, daß diese Faktoren von Einfluß sind, aber im vorliegenden Fall die Erklärung für unsere zu hohen Meßwerte nicht sein konnten. Wir mußten auch

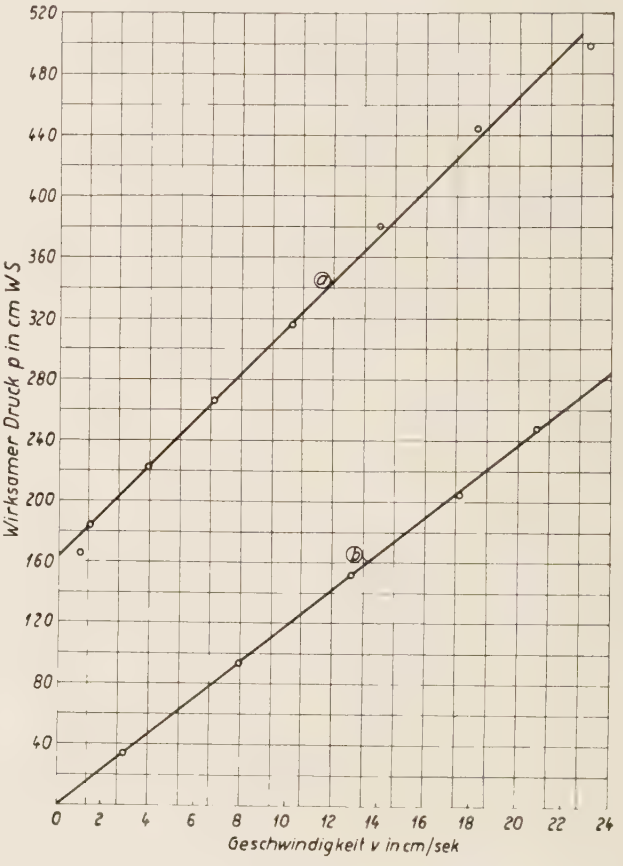

Abbildung 10.
Durchflußversuche mit Quecksilber bei Raumtemperatur (Viskosimeter mit horizontaler Kapillare).

hier die schon zu Beginn geäußerte Befürchtung der Einwirkung der hohen Oberflächenspannung in den engsten Kreis unserer Erwägung ziehen. Bestätigt wurde diese Vermutung durch folgende Beobachtung. Der in der Kapillare befindliche Quecksilberfaden benötigte — um aus dem Zustand der Ruhe in den der Bewegung zu gelangen — einen Druck von mehr als 160 mm WS. Erst von da ab war die Geschwindigkeit des sich bewegenden Fadens proportional dem Druck (siehe Abb. 10). Die Erklärung hierfür ist dadurch gegeben, daß der wirkende Druck eine Verformung der beiden freien Oberflächen des Quecksilberfadens bewirkt (s. Abb. 11; 2—2' bzw. 3—3'), so daß die Oberflächenspannungen an den in der Ruhe

*) Nach Abschluß der Vorversuche fanden wir, daß eine ähnliche Apparatur schon einmal für physiologische Zwecke verwendet worden ist[12]).

ganz gleichen Oberflächen (s. Abb. 11; 1—1') sich nun nicht mehr aufheben, sondern eine Kraftkomponente erzeugen, die dem treibenden Druck entgegenwirkt. Je größer dieser Druck, um so größer ist auch die Verformung der beiden Oberflächen, um so gößer ist demgemäß die die Bewegung hemmende Kraftkomponente. Aus diesem Grunde ist es auch nicht angängig, eine Druckkorrektur derart vorzunehmen, daß man vom Gesamtdruck einen konstanten Betrag in Abzug bringt — etwa den durch die Gerade (Abb. 10) auf der Ordinate abgeschnittenen Betrag von rd. 160 mm WS. Ersichtlich wird dieser mit steigendem Druck zunehmende Fehler, wenn man die Druckkurve a der Abb. 10 mit der Kurve b vergleicht, die unter Zugrundelegung der gleichen Zeiten wie bei a, jedoch des richtigen η-Wertes ermittelt wurde. Man erkennt deutlich, daß beide Kurven einen verschiedenen Winkel mit der Abszissenachse bilden und die Differenz dieser beiden Winkel gibt ein Maß für den obigen Fehler. Aus den Versuchen ergibt sich, daß eine einfache horizontal liegende Kapillare zur Messung der inneren Reibung nicht zu verwenden ist. Die Versuche zeigen aber bereits den Weg für die richtige Lösung. Man muß offenbar die freien

Abbildung 11.
Verformung des Quecksilberfadens in der Kapillare.

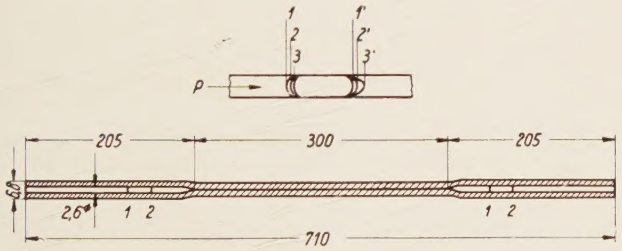

Abbildung 12.
Kapillare für Viskosimeter mit horizontaler Kapillare (nach Sauerwald).

Abmessungen: Durchmesser = 0,3778 mm
Volumen 1—2 = 0,6379 cm³

Oberflächen aus der eigentlichen Kapillare in ein weiteres Rohrstück verlegen. Die weiteren Rohrteile müssen so gewählt werden, daß die Wirkung der Oberflächenkräfte sehr verkleinert ist, andererseits aber durch die Oberflächenspannung auch in den weiteren Teilen das Flüssigkeitsvolumen noch zusammengehalten wird. — In einer später in Angriff genommenen und inzwischen bereits abgeschlossenen Arbeit[13]) ist gezeigt worden, daß ein derartiges Viskosimeter (s. Abb. 12) in der Tat brauchbare Werte ergibt.

Die Anwendung vorliegender Apparatur für höhere Temperaturen ist durchaus möglich. Vorteilhaft ist die einfache Druckermittlung. Die notwendige Temperaturkonstanz ist ebenfalls gut zu erzielen. Schwieriger gestaltet sich die Erfassung des die Kapillare durchfließenden Volumens. Bis zur Verwendungsmöglichkeit von Quarz ist die Mengenmessung durch Anvisieren der Eichmarken 1—2 möglich. Man könnte zudem auch hier an elektrische Kontakte denken, wie sie auch bei der früheren Durchfluß-Apparatur nach Sauerwald[4]) benutzt worden sind.

VI. Zusammenfassung.

1. Es wurde eine Schwingungsapparatur entwickelt. Dieselbe erwies sich für die Messung der inneren Reibung von Metallen bei erhöhten Temperaturen als unbrauchbar. Die Ursache hierfür waren die im Metallbad auftretenden Konvektionsströme, die sich infolge des nichtthermostaten Schmelzraumes leicht ausbilden konnten. Eine entsprechende Abänderung dürfte die Apparatur auch für höhere Temperaturen brauchbar machen.

2. An einem neu entworfenen Durchfluß-Viskosimeter mit senkrechter Kapillare und eingebautem Mariotterohr zur Erzielung einer konstanten Druckhöhe wurde die Wirkung der Oberflächenspannung am Austritt der Kapillare und dieselbe am Mariotterohr untersucht. Erst eine Ausschaltung der Wirkung der Oberflächenspannung an diesen beiden Stellen führte zu richtigen η-Werten für Quecksilber bei Raumtemperatur. Das Viskosimeter dürfte sich speziell zur Messung von Flüssigkeiten mit hoher Oberflächenspannung eignen. Für hohe Temperaturen ist seine Anwendung schwierig.

3. An einem zweiten Entwurf eines Durchflußviskosimeter wurde die konstante Druckhöhe durch horizontale Lagerung der Kapillare erzielt. Es wurde die Bewegung eines Quecksilberfadens in der Kapillare studiert. Auch hier muß die Wirkung der Oberflächenspannung ausgeschaltet werden, um richtige η-Werte zu erhalten. Dieses kann in der Weise erfolgen, daß die Kapillare sich an beiden Enden genügend erweitert, in denen sich die freien Enden des Quecksilberfadens bewegen. Seine Verwendung für höhere Temperaturen ist durchaus möglich.

VII. Literaturnachweis.

1) O. Holz, Über den Zusammenhang zwischen physikalischer und chemischer Beschaffenheit des Thomasroheisens. Stahlwerksausschuß des V. D. E. Bericht Nr. 58 (1921).

2) E. Fawsitt, On the Determination of Viscosity at High Temperatures. Proceedings of the Royal Society of London 80 (1907—1908) (A.) S. 290.

3) P. Oberhoffer u. A. Wimmer, Über den Einfluß der Temperatur und der chemischen Zusammensetzung auf die Viskosität des Eisens. Stahlwerksausschuß des V.D.E. Bericht Nr. 85 (1925).

4) F. Sauerwald u. Mitarbeiter, Über die innere Reibung flüssiger Metalle. Z. anorg. allg. Chem. 135 (1924 S. 255; 157 (1926) S. 117; 161 (1927) S. 51.

5) O. E. Meyer, Über die Bestimmung der inneren Reibung nach Coulomb's Verfahren. Ann. Phys. u. Chem. 32 (1887) S. 642.

6) K. Mützel, Über innere Reibung von Flüssigkeiten. Ann. Phys. u. Chem. 43 (1891) S. 15.

7) Th. S. Schmidt, Bestimmung der Reibung von Flüssigkeiten nach der Methode von Maxwell. Ann. Phys. u. Chem. 16 (1882) S. 633.

8) E. Fawsitt, Viscosity Determinations at High Temperatures. Journal of the Chemical Society, Transactions 93 (1908) S. 1299.

9) Dantuma, Bestimmung des Koeffizienten der inneren Reibung von geschmolzenen Salzen. Z. anorg. allg. Chem. 175 (1928) S. 1.

10) C. H. Herty, Über die Temperaturabhängigkeit des Flüssigkeitsgrades schmelzflüssiger Kalk- und Kieselsäureschlacken, Stahl u. Eisen 51 (1931) S. 463.

11) S. Erk, Zähigkeitsmessungen an Flüssigkeiten u. Untersuchungen von Viskosimetern. Forsch.-Arb. Ing.-Wes. 288 (1927).

12) Dieter, Messung der inneren Reibung physiologischer Flüssigkeiten. Arch. Augenheilkde 96 (1925) S. 25.

13) F. Sauerwald, Durchflussviskosimeter mit konstanter Druckhöhe für Stoffe mit hoher Oberflächenspannung. Z. anorg. allg. Chem. 209 (1933) S. 277.

Lebenslauf

Am 11. Dezember 1902 wurde ich, August Rademacher, als Sohn des August Rademacher in Duisburg geboren. Nach dem Besuch der Oberrealschule zu Bochum bzw. zu Duisburg verließ ich dieselbe Ostern 1922 mit dem Reifezeugnis. Nach einjähriger praktischer Tätigkeit begann ich 1923 an der Technischen Hochschule zu Breslau das Studium der Eisenhüttenkunde und legte im Herbst 1927 die Diplom-Hauptprüfung ab. Danach wurde ich ganz kurz auf der Kupferhütte zu Duisburg aushilfsweise beschäftigt und war darauf bis zum 1. Juli 1928 als Assistent in der Wärmestelle der Halbergerhütte, Brebach/Saar. Ab 1. Juli 1928 bis 31. Dezember 1931 hatte ich eine etatsmässige Assistentenstelle am Eisenhüttenmännischen Institut der Technischen Hochschule Breslau inne, und zwar am Lehrstuhl für Metallkunde und Materialprüfung. Ab 1. Januar 1932 bin ich Leiter der Prüf- und Versuchsanstalt der Schwäbische Hüttenwerke G. m. b. H., Wasseralfingen.

Knorr & Hirth G. m. b. H., München